

KONINKRIJK DER



NEDERLANDEN

#2

## Bureau voor de Industriële Eigendom

**PRIORITY  
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

REC'D 24 NOV 2003

WIPO PCT

Hierbij wordt verklaard, dat in Nederland op 1 november 2002 onder nummer 1021820,  
ten name van:

**NEDERLANDSE ORGANISATIE VOOR TOEGEPAST-  
NATUURWETENSCHAPPELIJK ONDERZOEK TNO**  
te Delft

een aanvraag om octrooi werd ingediend voor:

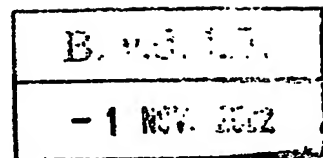
"Werkwijze voor het behandelen van cellulose bevattend ruw textieldoek, textieldoek dat wordt  
verkregen met de werkwijze, het gebruik van het behandelde textieldoek voor het vervaardigen  
van textielproducten, en textielproducten die vervaardigd zijn van het behandelde textieldoek",  
en dat de hieraan gehechte stukken overeenstemmen met de oorspronkelijk ingediende stukken.

Rijswijk, 6 november 2003

De Directeur van het Bureau voor de Industriële Eigendom,  
voor deze,

Mw. I.W. Scheevelenbos-de Reus

BEST AVAILABLE COPY



### Uittreksel

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het behandelen van een cellulose bevattend ruw textieldoek omvattende de volgende stappen:

- (a) een voorbehandelingsstap waarin het doek in aanwezigheid van water bij een temperatuur van 60-100° C in contact wordt gebracht met een thermostabiel enzym dat zetmeel degradeert; en
- (b) een geïntegreerde ontsterkings- en reinigingsstap waarin het doek zoals verkregen in stap (a) in aanwezigheid van water en bij een temperatuur van ten hoogste 70° C in contact wordt gebracht met een enzym dat een polymere component van de primaire celwand van katoen degradeert en een enzym dat zetmeel degradeert. De uitvinding betreft ook het gebruik van textieldoek zoals verkregen met de werkwijze van de uitvinding voor het vervaardigen van textielproducten. Tevens voorziet de uitvinding in textieldoek dat met de werkwijze van de uitvinding wordt vervaardigd. Voorts heeft de uitvinding betrekking op textielproducten die vervaardigd zijn van textieldoek dat behandeld is met de werkwijze van de uitvinding.

1 2 2 18 20

B. v.d. I.E.

- 1 NOV 78

Titel: Werkwijze voor het behandelen van cellulose bevattend ruw textieldoek, textieldoek dat wordt verkregen met de werkwijze, het gebruik van het behandelde textieldoek voor het vervaardigen van textielproducten, en textielproducten die vervaardigd zijn van het behandelde textieldoek

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het behandelen van cellulose bevattend ruw textieldoek omvattende tenminste een voorbehandelingsstap (a) en een geïntegreerde ontsterkings- en reinigingsstap (b), textieldoek aldus verkregen, het gebruik van de behandelde textieldoek voor het vervaardigen van textielproducten, en textielproducten die zijn vervaardigd van de behandelde textieldoek.

De behandeling van cellulose bevattend ruw textieldoek is van wezenlijk belang in de vervaardiging van textielproducten. Teneinde de van textielvezels gesponnen draden sterker te maken en om draadbreek tijdens het weven te voorkomen, wordt aan de draden voorafgaande aan het weven sterksel, veelal in de vorm van zetmeel, toegevoegd. Op deze manier worden de textieldraden gesterkt. Zetmeel dient echter na het weven verwijderd te worden uit het verkregen ruwe textieldoek omdat het een nadelige invloed op de verdere behandelingsstappen van het verkregen textieldoek heeft. Een dergelijke ontsterking vond oudsher plaats door het doek bij een temperatuur van maximaal 60° C voor langere tijd, vaak enkele uren, met relatief lage concentraties NaOH te behandelen. Na de ontsterkingsstap moet het verkregen doek vervolgens aan een reinigingsstap onderworpen worden teneinde het doek hydrofiel te maken. Dit is nodig omdat alle verdere behandelingen van het doek, zoals bleken en verven, doorgaans op waterbasis ontworpen zijn, en het ontsterkte doek nog verontreinigingen omvat zoals ondermeer pectine, eiwit, organische zuren, vetzuren en waxen (smeer), welke een hydrofobe laag om iedere textielvezel in het doek vormen. Het is bekend deze reinigingsstap uit te voeren bij een temperatuur van 80-100° C onder gebruikmaking van hoge concentraties NaOH. Een dergelijke reinigingsstap heeft echter het nadeel dat niet alleen de verontreinigingen worden afgebroken maar dat ook de ketenlengte van de cellulose polymeren in het doek kleiner wordt, waardoor de

treksterkte van het doek gereduceerd wordt en beschadigingen in het doek optreden en/of gewenste eigenschappen van het doek niet gerealiseerd kunnen worden. Voorts dient opgemerkt te worden dat dergelijke ontsterkings- en reinigingsstappen niet milieuvriendelijk zijn, en door de grote zoutbelasting van  
5 het in grote volumina vrijkomende afvalwater de waterzuiveringsinstallaties extra belast worden.

Om deze problemen op te lossen heeft men ontsterkings- en reinigingsstappen ontwikkeld waarin in plaats van NaOH gebruik gemaakt wordt van enzymtechnologie. Wanneer zetmeel als sterksel gebruikt wordt, kan de  
10 enzymatische ontsterkingsstap bij voorbeeld met een  $\alpha$ -amylase worden uitgevoerd, met behulp waarvan het zetmeel gehydrolyseerd wordt. Het gehydrolyseerde zetmeel kan dan vervolgens weggewassen worden alvorens het aan een reinigingsstap wordt onderworpen. Dit gehele ontsterkingsproces inclusief het wassen behelst minimaal 20 minuten. In een enzymatische  
15 reinigingsstap worden reeds eerder genoemde verontreinigingen zoals pectine, eiwit, organische zuren, vetzuren en waxen (smeer) die aanwezig zijn in textielvezels gedegradeerd, waarna alle dan weg te wassen componenten vervolgens weggewassen kunnen worden. De verwijdering van deze componenten komt de kwaliteit van het doek ten goede. Wat de reinigingsstap  
20 betreft kan in dit verband worden verwezen naar Octrooischrift WO 98/24965 waarin een textieldoek wordt onderworpen aan een reinigingsstap (scouring stap) waarin bij een verlaagde temperatuur een enzymoplossing wordt gebruikt dat pectinase bevat, welk enzym de hydrolyse van pectine bewerkstelligt.

In de praktijk heeft een in serie uitgevoerde combinatie van  
25 enzymatische ontsterkings- en reinigingstappen echter het nadeel dat de gehele behandeling een minimale tijdsduur van 40 minuten heeft. Beide enzymatische processen voor zowel het ontsterken als het reinigen van het ruwe textieldoek kunnen echter geïntegreerd worden indien de gebruikte enzymen actief zijn in hetzelfde temperatuur en pH gebied. De procesduur van  
30 zulk een geïntegreerd enzymatisch proces is dan gelijk aan de duur van het langstdurende afzonderlijke proces, te weten minimaal 20 minuten, inclusief het naderhand wassen van het aldus behandelde doek. Voor toepassing van zulk

een geïntegreerd proces in een continu opererende machine, met een normale doeksnelheid van minimaal 1 meter/seconde, betekent dit dat er zich continu minimaal 1200 meter doek in deze procesfase bevindt. Het zal duidelijk zijn dat dergelijke procesvoeringen veel tijd kosten, en dat men niet makkelijk en snel van de behandeling van het ene type textieldoek op de behandeling van een ander type textieldoek kan overstappen, onder gebruikmaking van dezelfde apparatuur. Flexibiliteit in het te behandelen textieldoek op continue wijze is vandaag de dag echter van groot belang, gegeven de in het algemeen snel veranderende vraag naar verschillende typen textieldoek in de kledingindustrie en de steeds kleiner wordende quota van een bepaald type te produceren textieldoek. De vraag naar bepaalde typen textieldoek kan vandaag groot zijn, maar morgen geheel anders zijn. Derhalve dienen textielproducenten uitermate flexibel te zijn en moeten zij hun behandelingsprocessen snel kunnen aanpassen teneinde verschillende typen textieldoek te kunnen behandelen.

Verrassenderwijs is nu gevonden dat met de combinatie van een specifieke voorbehandelingsstap en een geïntegreerde enzymatische ontsterkings- en reinigingsstap, textieldoek van een hoge kwaliteit verkregen kan worden in een uitermate kort tijdsbestek, doorgaans 3 tot 6 minuten.

De uitvinding heeft derhalve betrekking op een werkwijze voor het behandelen van een cellulose bevattend ruw textieldoek omvattende de volgende stappen:

- (a) een voorbehandelingsstap waarin het doek in aanwezigheid van water bij een temperatuur van 60-100° C in contact wordt gebracht met een thermostabiel enzym dat zetmeel degradeert; en
- (b) een geïntegreerde ontsterkings- en reinigingsstap waarin het doek zoals verkregen in stap (a) in aanwezigheid van water en bij een temperatuur van ten hoogste 70° C in contact wordt gebracht met een enzym dat een polymere component van de primaire celwand van katoen degradeert en een enzym dat zetmeel degradeert.

De werkwijze volgens de uitvinding brengt niet alleen een aanzienlijke tijdsbesparing tot stand, hetgeen een grote mate van flexibiliteit in de behandeling op continue schaal van kleine partijen verschillende typen

textieldoek bewerkstelligt, het is als zodanig ook meer milieuvriendelijk, en de te gebruiken apparatuur behoeft niet meer corrosie bestendig te zijn.

Bij voorkeur wordt het doek tussen stappen (a) en (b) onderworpen aan een behandeling waarin de massatransport van weg te wassen  
5 textielvezelcomponenten, zoals zetmeel, wordt bevorderd. Een dergelijke maatregel bewerkstelligt de verwijdering van dergelijke componenten en verkort de totale behandelingsduur nog verder. Een dergelijke behandeling kan een vacuüm-behandeling of een blaas-behandeling zijn.

Bij voorkeur is in stappen (a) en (b) het enzym dat zetmeel degradeert  
10 een amylase, bij nog meer voorkeur een  $\alpha$ -amylase.

Het in stap (b) te gebruiken enzym dat een polymere component van de primaire celwand van katoen degradeert wordt bij voorkeur gekozen uit de groep van cellulase, protease en/of pectinase. Ook kan in stap (b) een lipase gebruikt worden die de hydrofobe triglyceriden in de primaire celwand  
15 degradeert. Bij nog meer voorkeur is dit enzym een pectinase. Een zeer geschikt pectinase is poly-galacturonaat lyase (pectate lyase).

In beide stappen (a) en (b) kunnen verschillende typen van enzymen gebruikt worden die zetmeel degraderen. In stap (b) kunnen verschillende typen van enzymen gebruikt worden die een polymere component van de primaire  
20 celwand van katoen degraderen.

Geschikte amylases die in de werkwijze volgens de uitvinding gebruikt kunnen worden zijn  $\alpha$ -amylases.

Bij voorkeur wordt in stap (a) een  $\alpha$ -amylase gebruikt en worden in stap (b) een  $\alpha$ -amylase en een pectinase gebruikt.

25 De te gebruiken cellulases kunnen gekozen worden uit de groep van exoglucanases en endoglucanases. De proteases die volgens de uitvinding gebruikt kunnen worden kunnen gekozen worden uit de groep van serine peptidases, carboxypeptidases en thiol proteases. Geschikte pectinases zijn die welke gekozen kunnen worden uit de groep van protopectinases,  
30 polymethyl- en poly-galacturonaat lyases, en polymethyl- en poly-galacturonases. Bij voorkeur wordt polymethyl- of poly-galacturonaat lyase (pectate lyase) gebruikt. De te gebruiken lipases kunnen verkregen zijn uit bij

voorbeeld melk, gist, bacteriën en dieren. Andere geschikte amylases, cellulases, proteases en pectinases die gebruikt kunnen worden volgens de uitvinding worden genoemd in octrooischrift US 6,436,696.

Stap (a) wordt bij voorkeur uitgevoerd bij een temperatuur van 70-100°C, 5 bij nog meer voorkeur bij 80-100° C, en het liefst bij 90-100° C, terwijl stap (b) bij voorkeur bij een temperatuur van 30-60 °C, en bij nog grotere voorkeur bij 45-55° C wordt uitgevoerd. Deze temperatuurgebieden omvatten zowel de onder- als bovengenoemde grenswaarden. De bovengrenswaarde wordt bepaald door de stabiliteit van de gebruikte enzymen. Wanneer de te gebruiken 10 enzymen stabiel zijn bij hogere temperaturen dan gelden deze hogere temperaturen. Bij beschikbaarheid van een pectinase die werkzaam en stabiel is bij een temperatuur in het gebied zoals die in stap a) gehanteerd wordt, kunnen stappen a) en b) geïntegreerd worden in één stap.

Stappen (a) en (b) kunnen beide zowel in een zuur milieu als een 15 basisch milieu worden uitgevoerd. In de praktijk wordt gewoonlijk in stappen (a) en (b) gewerkt bij of nabij een pH waarbij het betreffende enzym optimale activiteit heeft. Bij voorkeur wordt in stappen (a) en (b) gewerkt bij een pH van 7.5-9.5, bij nog meer voorkeur bij een pH van 8.5-9.0. Mogelijkerwijs kan de pH bij de aanvang van stap (a) en/of stap (b) buiten de genoemde grensgebieden 20 vallen, terwijl gedurende de behandeling van het textieldoek de pH binnen deze grensgebieden schuift. Teneinde er voor te zorgen dat de pH binnen het grensgebied blijft waarbij de gewenste enzym activiteit optreedt, wordt in stappen (a) en (b) bij voorkeur een buffer in de waterige oplossing gebruikt. In praktijk wordt er een zodanige hoeveelheid buffer gebruikt dat de pH binnen het 25 gewenste grensgebied valt en blijft gedurende de procesduur. Het zal voor de vakman geen probleem zijn een geschikte buffer te kiezen voor het gewenste pH gebied. Er kan zowel van anorganische als organische buffers gebruik gemaakt worden. Geschikte buffers kunnen bij voorbeeld gemaakt worden m.b.v. natrium fosfaat, kalium fosfaat, natrium carbonaat, natrium bicarbonaat, 30 natrium citraat, natrium acetaat, ammonium acetaat, kalium waterstof phthalaat en natrium acetaat.

In een geschikte uitvoeringsvorm wordt in stap (a) een amylase, bij voorkeur een  $\alpha$ -amylase, gebruikt met een totale enzym activiteit van 2000-15,000 RAU per liter medium. Een RAU (Reference Amylase Unit) is een activiteitseenheid zoals gedefinieerd door Genencor International. De activiteit  
5 van het enzym wordt gemeten tegen een interne standaard met gebruik van een synthetisch zetmeel substraat: een geblokkeerde p-nitrophenylmaltoheptoside. Bij voorkeur heeft het enzym in stap (a) een totale enzym activiteit van 5000-8000 RAU per liter medium.

In stap (b) heeft het te gebruiken amylase enzym, bij voorkeur  $\alpha$ -  
10 amylase, een totale enzym activiteit van 2000-15,000 RAU per liter medium, bij nog meer voorkeur een totale enzym activiteit van 5000-8000 RAU per liter medium. In een geschikte uitvoeringsvorm wordt in stap (b) het pectinase enzym, bij voorkeur pectate lyase, gebruikt in een totale enzym dosering van 1 – 1500 APSU/l, en bij voorkeur 10 – 25 APSU/l. De APSU (Alcaline Pectinase  
15 Standard Unit) eenheid is gedefinieerd door Novo Nordisk en beschreven in hun analytische methode beschrijving EB-SM-0419.02.

De in stappen (a) en (b) te gebruiken waterige oplossingen kunnen ook een oppervlakte actieve stof (surfactant) bevatten. Bij voorkeur worden beide stappen (a) en (b) uitgevoerd met een waterige oplossing waarin ook een  
20 surfactant aanwezig is. Geschikte surfactants, die compatibel moeten zijn met de te gebruiken enzymen, kunnen gekozen worden uit de groep van anionische, non-ionische en kationische oppervlakte actieve stoffen. Geschikte voorbeelden zijn tergitol, de triton X-serie, de tween-serie, alkylsulfonaten, en quaternaire stikstofverbindingen. De concentratie van het surfactant in stappen  
25 (a) en (b) is bij voorkeur 0,1-1,0. gram per liter van de te gebruiken waterige oplossing, en bij nog meer voorkeur 0,4-0,7 gram per liter van de te gebruiken waterige oplossing.

Een bijzonder groot en verrassend resultaat van de uitvinding is dat de behandeling van ruw textieldoek veel sneller uitgevoerd kan worden dan tot nu  
30 toe het geval was door integratie van de ontsterkings- en reinigingsstappen en de invoering van een voorbehandeling welke wordt uitgevoerd bij hoge temperatuur. In een geschikte uitvoering van de werkwijze volgens de uitvinding



worden stappen (a) en (b) uitgevoerd als een continu proces en wordt het doek maximaal 5 minuten aan iedere stap onderworpen. Bij voorkeur worden de stappen (a) en (b) als een continu proces uitgevoerd waarbij het doek voor 0.5-2.5 minuut aan iedere stap wordt onderworpen.

5           In een geschikte uitvoeringsvorm wordt het in stap (b) verkregen doek vervolgens aan een wasbehandeling onderworpen bij een temperatuur van 60-100° C en in aanwezigheid van water en een surfactant. Geschikte surfactants kunnen gekozen worden uit de groep van anionische, non-ionische en kationische oppervlakte actieve stoffen. Geschikte voorbeelden zijn tergitol, de  
10   triton X-serie, de tween-serie, alkylsulfonaten, en quaternaire stikstofverbindingen. Bij voorkeur wordt deze wasbehandeling uitgevoerd bij een temperatuur van 80-100° C, bij nog meer voorkeur bij 90-100° C. De wasbehandeling wordt bij voorkeur uitgevoerd in aanwezigheid van een verbinding die metaalionen bindt (chelator). Geschikte chelatoren kunnen  
15   gekozen worden uit de groep van EDTA, EGTA, imidodisuccinaat en andere stoffen die met metaalionen een complex vormen.

Tussen stap (b) en de daarop volgende wasbehandeling wordt het doek bij voorkeur onderworpen aan een behandeling waarin de massatransport van weg te wassen textielvezelcomponenten wordt bevorderd. Een dergelijke  
20   maatregel bewerkstelligt de verwijdering van gedegradeerde en andere textielvezelcomponenten, zoals pectine, en verkort de totale behandelingsduur nog verder. Een dergelijk behandeling kan een vacuüm-behandeling of een blaas-behandeling zijn. Het gewassen doek kan vervolgens nogmaals aan een wasbehandeling onderworpen worden alvorens het gebleekt wordt. Zulk een  
25   wasbehandeling kan onder dezelfde of mildere condities worden uitgevoerd als de voorafgaande wasbehandeling. Tussen de wasbehandelingen kan eveneens een behandeling worden uitgevoerd waarin de massatransport van weg te wassen textielvezelcomponenten wordt bevorderd. Ook kan het textieldoek tussen de beide wasbehandelingen dan wel voor beide wasbehandelingen  
30   gebleekt worden.

Het doek kan gebleekt worden met bij voorbeeld waterstofperoxide of een ander geschikt bleekmiddel teneinde een wit textieldoek te verkrijgen dat

vervolgens in een gewenste kleur geverfd kan worden. Afhankelijk van het einddoel van het textieldoek kunnen vervolgens nog de verschillende chemicaliën op het doek worden aangebracht om het doek bij voorbeeld vuilwerend of brandvertragend te maken.

5 Bij voorkeur is het cellulose bevattend ruw textiel doek een geweven ruw katoendoek. Behalve katoenvezels kan zulk een doek ook andere vezels bevatten zoals bij voorbeeld polyester-, polyamide-, viscose- of lyocellvezels.

Het textieldoek kan met de werkwijze volgens de uitvinding behandeld worden in de vorm van zowel een breeddoek als een streng. Bij voorkeur  
10 worden het doek behandeld in de vorm van een breeddoek.

Zowel de voorbehandeling alswel de geïntegreerde ontsterkings- en reinigingsstap dient te geschieden in apparatuur waarbij het te behandelen doek in contact kan zijn met het waterig medium met daarin de enzymen en andere chemicalien en waarbij de temperatuur constant gehouden kan worden.  
15 Dit kan geschieden in een gethermostatiseerde J-box. Op deze wijze kan het breeddoek bijzonder snel worden behandeld. Bij voorkeur is de J-box voorzien van een thermostaat zodat de temperatuur gereguleerd kan worden.

De uitvinding heeft tevens betrekking op het gebruik van textieldoek zoals verkregen met de werkwijze van de uitvinding voor het vervaardigen van  
20 textielproducten.

Tevens voorziet de uitvinding in textieldoek dat met de werkwijze van de uitvinding verkrijgbaar is. Dit textieldoek is van een hoge kwaliteit en kan gekenmerkt worden door het feit dat de natuurlijke polymerisatiegraad van cellulose zoals aanwezig in de katoenen vezel nagenoeg geheel intact wordt  
25 gelaten in dit proces. Dit heeft als consequentie dat de treksterkte van doek zoals behandeld met de methode in deze uitvinding beschreven optimaal is en superieur aan dat van doek wat met het conventionele reinigingsproces met natronloog is behandeld. Het gevolg is dat dit doek een langere levensduur zal hebben dan doek verkregen met het conventionele reinigingsproces.

30 Voorts heeft de uitvinding betrekking op textielproducten die vervaardigd zijn van textielvezels die verkrijgbaar zijn met de werkwijze van de uitvinding.

### Voorbeeld 1

Met zetmeel gesterkt ruwdoek van 100% katoen met een doekgewicht van 120 g/cm<sup>2</sup> werd bij een temperatuur van 95° C gedurende 1 minuut in een Linie-  
5 tester voorbehandeld in een medium bestaande uit: 200 ml 25 mM fosfaatbuffer pH 9,0 met daarin 0,5 g/l Tergitol 15-S-12 en 0,9 g/l Optisize HT40. Na de voorbehandeling werd het doek direct kort (15 sec) afgezogen en vervolgens aan een reinigingsstap onderworpen. Het doek werd in deze stap gedurende 1  
10 minuut bij 55 °C behandeld in de Linie-tester, onder gebruikmaking van dezelfde buffer als in de voorbehandelingsstap, met dit verschil dat nu additioneel 5 ml/l Baysplex 20022 (pectate lyase; geformuleerd product van Bayer, enzym zelf is ex Novozymes) was toegevoegd. Na deze reinigingsstap werd het doek aan een vacuüm-behandeling onderworpen en vervolgens  
15 gewassen gedurende 15 sec in 200 ml water, met daarin opgelost 0,5 g/l Tergitol 15-S-12 en 1 mM EDTA, bij een temperatuur van 95 °C. Hierna werd opnieuw een vacuüm-behandeling toegepast, waarna het doek nogmaals werd gewassen, nu met enkel water van 70 °C (200 ml) gedurende wederom 15 seconden. Vervolgens werd het verkregen doek aan de lucht gedroogd en  
20 geconditioneerd gedurende minimaal 24 uur bij 20 °C/65% luchtvochtigheid. De resultaten van de evaluatie van het behandelde doek zijn in tabel 1 weergegeven. De bevochtigbaarheid van het doek werd gemeten met de druppelmethode, waarin bepaald wordt hoeveel tijd het kost om een druppel water door het doek op te laten nemen; dit is een maat voor de hydrofiliciteit. De  
25 residuele pectine gehalte werd bepaald met gebruikmaking van Ruthenium Red kleurstof volgens een methode beschreven door Novozymes' standaard operationele procedure-document EUS-SM-0103.02/01. Restanten van het zetmeel op het doek werden geanalyseerd door het zetmeel te kleuren met jodium oplossing (oplossing bevattende 2,4 g/l KI en 1,3 g/l I<sub>2</sub>) en de mate van  
30 aankleuring te categoriseren zoals is weergegeven in Tabel 1. Uit de resultaten kan geconcludeerd worden dat zowel de hydrofiliciteit van het doek als de residuele aanwezigheid van zetmeel zich op een gunstig niveau

bevinden. Uit het feit dat pectine nog op het doek gedetecteerd kan worden kan afgeleid worden dat niet de gehele primaire celwand van katoen is verwijderd.

5    Voorbeeld 2

Het proces zoals beschreven in voorbeeld 1 werd nogmaals uitgevoerd met het verschil dat het doek niet aan de verschillende vacuüm-behandelingen werd onderworpen. De resultaten zijn weergegeven in Tabel 2. De positieve invloed van de vacuüm-behandelingen is duidelijk af te lezen uit de verkregen resultaten.

Voorbeeld 3

15   Het proces zoals beschreven in voorbeeld 1 werd nogmaals uitgevoerd met het verschil dat het doek niet aan de voorbehandelingsstap werd onderworpen, maar daarentegen 2 minuten aan de geïntegreerde ontsterkings- en reinigingsstap werd onderworpen.

20   De evaluatie resultaten van dit proces en dat van voorbeeld 1 zijn weergegeven in Tabel 3. Uit de resultaten blijkt duidelijk dat de voorbehandelingsstap een positieve invloed heeft op de verwijdering van zetmeel, waarbij opgemerkt wordt dat in beide processen het doek gedurende een zelfde tijd met enzymen wordt behandeld. Voorts kan opgemerkt worden dat in het proces met de voorbehandelingsstap een significant betere hydrofiliciteit wordt verkregen, ondanks het feit dat in de situatie zonder voorbehandelingsstap de incubatie met pectinase tweemaal zolang duurt.

Voorbeeld 4

30   Het proces zoals beschreven in voorbeeld 1 werd nogmaals verschillende keren uitgevoerd met die verschillen dat de voorbehandelingsstap gedurende 2

minuten werd uitgevoerd in aanwezigheid van 1 mM EDTA en zowel met als zonder  $\alpha$ -amylase; er geen vacuüm-behandelingen plaatsvonden; het doek 2 respectievelijk 10 minuten aan de geïntegreerde ontsterkings- en reinigingsstap werd onderworpen; en de de tijdsduur van beide wasstappen 15

5 minuten was. De evaluatie resultaten zijn weergegeven in Tabel 4. De positieve invloed van de aanwezigheid van  $\alpha$ -amylase in de voorbehandelingsstap is zeer duidelijk wanneer de resultaten van het proces waarin  $\alpha$ -amylase in de voorbehandelingsstap wordt gebruikt en de geïntegreerde ontsterkings- en reinigingsstap gedurende 2 minuten wordt uitgevoerd, vergeleken worden met

10 die van het proces waarin geen  $\alpha$ -amylase in de voorbehandelingsstap wordt gebruikt en de geïntegreerde ontsterkings- en reinigingsstap gedurende 10 minuten wordt uitgevoerd.

15

Tabel 1

analyse	resultaat
bevochtigbaarheid	< 1sec
residuele pectine	19%
aanwezigheid zetmeel	0/-*

\* - = geen zetmeel detecteerbaar op het doek

0 = nagenoeg geen zetmeel meer detecteerbaar, acceptabel

+ = zetmeel nog enigszins detecteerbaar

++ = zetmeel nog duidelijk detecteerbaar

+++ = substantiele hoeveelheid zetmeel detecteerbaar

Tabel 2

analyse	resultaat	
	met vacuüm-behandeling	zonder vacuüm-behandeling
bevochtigbaarheid	< 1sec	< 1sec
residuele pectine	20%	19%
aanwezigheid zetmeel	0/-*	+

\* betekenis zie Tabel 1

Tabel 3

analyse	resultaat	
	met voorbehandeling	zonder voorbehandeling
bevochtigbaarheid	< 1sec	1 sec
residuele pectine	20%	23%
aanwezigheid zetmeel	0/-*	+

\* betekenis zie Tabel 1

Tabel 4

analyse	resultaat		
	$\alpha$ -amylase in voorbehandelingsstap.	2 min reinigingsstap	10 min reinigingsstap
residuele pectine	-	19%	17%
	+	17%	17%
aanwezigheid zetmeel*	-	+++	++
	+	+/-	+/-

\* betekenis zie Tabel 1

Conclusies

1. Werkwijze voor het behandelen van een cellulose bevattend ruw textieldoek omvattende de volgende stappen:
  - (a) een voorbehandelingsstap waarin het doek in aanwezigheid van water bij een temperatuur van 60-100° C in contact wordt gebracht met een thermostabiel enzym dat zetmeel degradeert; en
  - (b) een geïntegreerde ontsterkings- en reinigingsstap waarin het doek zoals verkregen in stap (a) in aanwezigheid van water en bij een temperatuur van ten hoogste 70° C in contact wordt gebracht met een enzym dat een polymere component van de primaire celwand van katoen degradeert en een enzym dat zetmeel degradeert.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij het doek tussen stappen (a) en (b) wordt onderworpen aan een behandeling waarin de massatransport van weg te wassen doekcomponenten wordt bevorderd.
3. Werkwijze volgens conclusie 2, waarin de behandeling een vacuüm-behandeling of een blaas-behandeling is.
4. Werkwijze volgens één der conclusies 1-3, waarbij in stappen (a) en (b) het enzym dat zetmeel gedegradert een amylase is.
5. Werkwijze volgens conclusie 4, waarbij in stappen (a) en (b) het enzym dat zetmeel degradeert een  $\alpha$ -amylase is.
6. Werkwijze volgens één der conclusies 1-5, waarbij in stap (b) het enzym dat een polymere component van de primaire celwand van katoen degradeert gekozen is uit de groep van cellulase, protease en/of pectinase.



7. Werkwijze volgens conclusie 6, waarbij in stap (b) het enzym dat een polymere component van de primaire celwand van katoen degradeert een pectinase is.
- 5 8. Werkwijze volgens conclusie 7, waarbij het pectinase een poly-galacturonaat lyase is.
9. Werkwijze volgens één der conclusies 1-8, waarbij stappen (a) en (b) worden uitgevoerd in aanwezigheid van een surfactant.
- 10 10. Werkwijze volgens één der conclusies 1-9, waarbij stap (a) wordt uitgevoerd bij een temperatuur van 80-100° C.
11. Werkwijze volgens conclusie 10, waarbij stap (a) wordt uitgevoerd bij een
- 15 temperatuur van 90-100° C.
12. Werkwijze volgens één der conclusies 1-11, waarbij stap (b) wordt uitgevoerd bij een temperatuur van 30-60° C.
- 20 13. Werkwijze volgens één der conclusies 1-12, waarbij stappen (a) en (b) worden uitgevoerd bij een pH van 7.5-9.5.
14. Werkwijze volgens één der conclusies 1-13, waarbij stappen (a) en (b) worden uitgevoerd als een continu proces en het doek aan iedere stap
- 25 maximaal 5 minuten wordt onderworpen.
15. Werkwijze volgens één der conclusies 1-14, waarbij het in stap (b) verkregen doek wordt onderworpen aan een wasbehandeling die bij een temperatuur van 60-100° C wordt uitgevoerd in aanwezigheid van een surfactant.
- 30 16. Werkwijze volgens conclusie 15, waarbij het doek tussen stap (b) en de daaropvolgende wasbehandeling wordt onderworpen aan een behandeling

waarin de massatransport van weg te wassen doekcomponenten wordt bevorderd.

5 17. Werkwijze volgens conclusie 16, waarbij het gewassen textieldoek vervolgens wordt gebleekt.

18. Werkwijze volgens één der conclusies 1-17, waarin het textieldoek een geweven katoendoek is.

10 19. Textieldoek vervaardigd volgens de werkwijze van één der conclusies 1-18.

20. Gebruik van een textieldoek zoals verkregen met de werkwijze volgens één der conclusies 1-18 voor het vervaardigen van textielproducten.

15 21. Textielproduct dat vervaardigd is van een textieldoek dat behandeld met de werkwijze volgens één der conclusies 1-18.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**